
Norme internationale



1237

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Graines de moutarde — Spécifications

Mustard seed — Specification

Deuxième édition — 1981-08-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1237:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/986941e3-09ae-44ea-a8f8-5f798ed51b27/iso-1237-1981>

CDU 633.844.004.1

Réf. n° : ISO 1237-1981 (F)

Descripteurs : produit agricole, épice, moutarde, spécification, essai.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 1237 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Cette deuxième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 5.10.1 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la première édition (ISO 1237-1974), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Allemagne, R.F.	Hongrie	Pologne
Brésil	Inde	Roumanie
Bulgarie	Iran	Royaume-Uni
Égypte, Rép. arabe d'	Israël	Tchécoslovaquie
France	Pays-Bas	Turquie

Cette Norme internationale avait également été approuvée par l'Association of Official Analytical Chemists (AOAC).

Le comité membre du pays suivant l'avait désapprouvée pour des raisons techniques :

Autriche

Graines de moutarde — Spécifications

iTeh STANDARD PREVIEW

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale fixe les spécifications des graines de moutarde.

Des recommandations relatives aux conditions d'entreposage et de transport sont données dans l'annexe E.

Brassica nigra
(Linnaeus) W.D.J Koch — moutarde noire;

Brassica juncea
(Linnaeus) Czernajew — moutarde brune ou
et Cosson in Czernajew moutarde de l'Inde.

2 Références

ISO 927, *Épices — Détermination de la teneur en matières étrangères.*

ISO 928, *Épices — Détermination des cendres totales.*

ISO 930, *Épices — Détermination des cendres insolubles dans l'acide.*

ISO 948, *Épices — Échantillonnage.*

ISO 1108, *Épices — Détermination de l'extrait étheré non volatil.*

ISO 2825, *Épices — Préparation d'un échantillon moulu en vue de l'analyse.*

3 Spécifications

3.1 Description

La graine de moutarde est le fruit séché et propre de l'une ou de plusieurs des plantes suivantes :

— *Sinapis alba* Linnaeus — moutarde blanche;

3.2 Odeur et flaveur

La poudre humidifiée de graines de moutarde doit produire une sensation de fraîcheur et d'âcreté; elle ne doit avoir aucun goût de rance ni odeur de moisi.

3.3 Absence de moisissures, d'insectes, etc.

Les graines de moutarde doivent être exemptes d'insectes vivants, d'acariens et de moisissures, et doivent être pratiquement exemptes d'insectes morts, de fragments d'insectes et de contamination par les rongeurs, visibles à l'œil nu (corrigé, si nécessaire, dans le cas d'une vision anormale), avec le grossissement pouvant s'avérer nécessaire dans des cas particuliers. Si le grossissement est supérieur à X 10, mention doit en être faite dans le procès-verbal d'essai.

3.4 Matières étrangères, graines endommagées et plissées

Les graines de moutarde doivent être entières et mûres. Leur teneur en matières étrangères et autres produits végétaux ne doit pas être supérieure à 0,7 % (*m/m*); cette teneur doit être déterminée selon la méthode spécifiée dans l'ISO 927. Les graines étrangères comprennent la moutarde des champs (*Sinapis arvensis* Linnaeus), le colza (*Brassica napus* Linnaeus), et l'espèce *Melilotus*. La proportion de graines de moutarde endommagées ou plissées ne doit pas être supérieure à 2 % (*m/m*).

3.5 Caractéristiques chimiques¹⁾

Les graines de moutarde doivent répondre également aux spécifications données dans le tableau.

Tableau — Spécifications des graines de moutarde

Caractéristique	Spécification	Méthode d'essai
Perte de masse à 103 °C, % (m/m), max.	10	Annexe A
Cendres totales, % (m/m), sur sec, max.	6,5	ISO 928
Cendres insolubles dans l'acide, % (m/m) sur sec, max.	1,0	ISO 930
Extrait éthéré non volatil, % (m/m), sur sec, min.	28	ISO 1108
Allylsénevol, % (m/m), sur sec		Annexe B
a) dans la <i>B. nigra</i> , min.	1,0	
b) dans la <i>B. juncea</i> , min.	0,70	
Isothiocyanate de <i>p</i> -hydroxybenzyle, % (m/m), sur sec, dans la <i>Sinapis alba</i> , min.	2,3	Annexe C ou D

sécher et chauffer de nouveau dans le four à moufle (6.2) durant 1 h. Refroidir et ajouter 5 à 10 gouttes d'acide nitrique de qualité analytique, puis évaporer jusqu'à siccité sur le bain d'eau bouillante (6.4), et chauffer dans le four à moufle durant 30 min. Répéter l'addition de 5 à 10 gouttes de l'acide nitrique, évaporer à nouveau jusqu'à siccité et chauffer dans le four à moufle durant 1 h. Laisser refroidir la capsule, ajouter le filtrat et évaporer jusqu'à siccité sur le bain d'eau bouillante (6.4). Chauffer de nouveau dans le four à moufle durant 1 h, laisser refroidir et peser. Répéter ces opérations jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 0,002 g. Retenir la masse la plus faible.

Les cendres totales peuvent être conservées pour les déterminations des cendres insolubles dans l'eau et des cendres insolubles dans l'acide.

6 Emballage et marquage

6.1 Emballage

Les graines de moutarde doivent être emballées dans des sacs propres et sains, fabriqués en une matière qui ne puisse avoir d'action sur les graines et qui les protège contre une reprise d'humidité.

6.2 Marquage

Les indications particulières suivantes doivent être inscrites sur chaque emballage ou portées sur une étiquette :

- nom du produit (nom botanique), et nom commercial ou marque, s'il y a lieu;
- nom et adresse du producteur ou de l'emballleur;
- numéro de code ou du lot;
- masse nette;
- catégorie du produit dans le cas où il est classé selon les normes nationales du pays de production;
- pays de production;
- année de récolte, si elle est connue;
- date de l'emballage;
- toutes autres indications demandées par l'acheteur.

4 Échantillonnage

Échantillonner les graines de moutarde selon la méthode spécifiée dans l'ISO 948.

5 Méthodes d'essai

5.1 Les échantillons de graines de moutarde doivent être analysés pour s'assurer de leur conformité aux spécifications de la présente Norme internationale, en suivant les méthodes d'essai mentionnées en 3.4 et dans le tableau.

5.2 Pour la détermination des cendres totales, utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 928, en modifiant le paragraphe 8.3.2 de la façon suivante :

Lessiver les cendres à l'eau chaude, filtrer sur un papier filtre sans cendres, de porosité moyenne, et laver soigneusement. Transférer le papier filtre et son contenu dans la capsule (6.1),

¹⁾ Des limites concernant les substances toxiques seront ajoutées ultérieurement, en accord avec les recommandations de la Commission FAO/OMS du Codex alimentarius.

Annexe A

Détermination de la perte de masse à 103 °C¹⁾

A.1 Appareillage

A.1.1 Capsule, en métal non sujet à corrosion, munie d'un couvercle approprié bien ajusté.

A.1.2 Étuve à température constante, réglée à 103 ± 2 °C.

A.1.3 Dessiccateur, garni d'un agent déshydratant efficace.

A.1.4 Balance analytique.

A.2 Mode opératoire

A.2.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, environ 2 g de l'échantillon dans la capsule (A.1.1) tarée.

A.2.2 Détermination

Chauffer la capsule et son contenu, couvercle placé à son côté, dans l'étuve (A.1.2) à 103 ± 2 °C durant 3 h. Ajuster le couvercle sur la capsule, refroidir dans le dessiccateur (A.1.3) et peser. Chauffer dans l'étuve durant 1 h, refroidir dans le dessiccateur et peser à nouveau. Répéter ces opérations de chauffage durant 1 h dans l'étuve, de refroidissement et de pesée, jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 0,001 g.

A.2.3 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon.

A.3 Expression des résultats

A.3.1 Mode de calcul et formule

La perte de masse à 103 °C, H , exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon, est égale à

$$(m_0 - m_1) \times \frac{100}{m_0}$$

où

m_0 est la masse initiale, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai après chauffage à l'étuve.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (A.2.3) si la condition de répétabilité (voir A.3.2) est remplie.

A.3.2 Répétabilité

La différence entre les résultats des deux déterminations (A.2.3), effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 1 % de la valeur moyenne.

1) Afin de permettre d'effectuer le calcul des résultats d'essais «sur sec», il est supposé que la perte de masse à 103 °C, déterminée selon la méthode spécifiée dans la présente annexe, est égale à la teneur en eau.

Annexe B

Dosage de l'allylsénevol (isothiocyanate d'allyle)

B.1 Principe

Après deux macérations successives de l'échantillon, la première en milieu aqueux à une température de 70 °C, la seconde en milieu alcoolique, distillation dans une solution alcoolique d'hydroxyde d'ammonium de l'allylsénevol libéré, addition d'une solution titrée de nitrate d'argent au distillat et titrage de l'excès de nitrate d'argent avec une solution titrée de thiocyanate de potassium ou d'ammonium, en présence d'alun de fer(III) et d'ammonium.

B.2 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

B.2.1 Éthanol, à 95 % (V/V).

B.2.2 Hydroxyde d'ammonium, solution,
 $\rho_{20} = 0,925$ g/ml.

B.2.3 Acide nitrique, $\rho_{20} = 1,40$ g/ml.

B.2.4 Nitrate d'argent, solution titrée,
 $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ mol/l.

B.2.5 Thiocyanate de potassium ou d'ammonium, solution titrée, $c(\text{KSCN})$ ou $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1$ mol/l.

B.2.6 Alun de fer(III) et d'ammonium, solution saturée à froid.

B.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

B.3.1 Broyeur.

B.3.2 Appareil de distillation à entraînement par la vapeur (voir la figure, à titre indicatif).

B.3.3 Burette, graduée en 0,05 ml, conforme aux spécifications de l'ISO/R 385, classe A.

B.3.4 Balance analytique.

B.4 Mode opératoire

B.4.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Rendre l'échantillon bien homogène, prélever 15 à 20 g de graines de moutarde et les broyer (voir ISO 2825).

B.4.2 Prise d'essai

Prélever environ 2 g d'échantillon moulu et les peser à 0,001 g près.

B.4.3 Détermination

Placer la prise d'essai dans l'ampoule piriforme de l'appareil de distillation, ajouter 80 ml d'eau chauffée préalablement à 70 ± 2 °C, fermer l'ampoule à l'aide de son bouchon rodé, et laisser reposer durant 15 min. Puis ajouter 20 ml d'éthanol (B.2.1) et laisser la macération alcoolique se poursuivre durant 45 min.

Après la macération, brancher rapidement l'ampoule à l'appareil de distillation. Distiller, recueillir le distillat dans une fiole contenant un mélange formé de 5 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (B.2.2) et de 10 ml d'éthanol (B.2.1). (La distillation par entraînement à la vapeur dure en moyenne 5 min.) La quantité de distillat doit être d'au moins 100 ml.

Ajouter au distillat 10 ml de la solution titrée de nitrate d'argent (B.2.4) et laisser reposer durant 12 h à la température ambiante (on peut opérer plus rapidement en plaçant la fiole durant 1 h dans un bain d'eau réglé entre 70 et 80 °C).

Filter sur un papier filtre à texture serrée, rincer la fiole et le résidu à plusieurs reprises avec de l'eau distillée très chaude (approximativement 90 °C).

Rassembler le filtrat et les eaux de lavage, ajouter 10 ml d'acide nitrique (B.2.3) et titrer avec la solution titrée de thiocyanate de potassium ou d'ammonium (B.2.5), en utilisant la solution d'alun de fer(III) et d'ammonium (B.2.6) comme indicateur, jusqu'à obtention d'une coloration rose persistante.

B.4.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

B.5 Expression des résultats

B.5.1 Mode de calcul et formule

La teneur en allylsénevol, exprimée en pourcentage en masse et rapportée à la matière sèche, est égale à

$$4,95 \frac{(10 - V)}{10^3} \times \frac{100}{m} \times \frac{100}{100 - H}$$

où

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

V est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thiocyanate de potassium ou d'ammonium (B.2.5), utilisée pour le titrage;

H est la teneur en eau de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, déterminée selon la méthode spécifiée dans l'annexe A.

NOTE — Si les solutions titrées n'ont pas exactement les concentrations indiquées dans le chapitre B.2, un facteur de correction approprié doit être utilisé lors du calcul des résultats.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (B.4.4) si la condition de répétabilité (voir B.5.2) est remplie.

B.5.2 Répétabilité

La différence entre les résultats des deux déterminations (B.4.4), effectuées simultanément ou rapidement l'une après

l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 1 % de la valeur moyenne.

B.6 Notes sur le mode opératoire

B.6.1 Il convient d'éviter, lors de ces analyses, tout contact avec le cuivre ou le caoutchouc dans les appareils de distillation principalement. Utiliser des bouchons en liège ou, de préférence, des bouchons rodés en verre.

B.6.2 Le pouvoir diastatique des graines de moutarde est affaibli par suite du vieillissement, c'est pourquoi il semble nécessaire de modifier le mode opératoire dans le cas d'utilisation de vieilles graines.

Après un premier dosage ayant donné des chiffres particulièrement faibles en allylsénevol, ajouter au résidu de distillation 5 g de *Sinapis alba* (dont on aura, au préalable, pris soin de vérifier l'absence de produits sulfurés volatils) et procéder ensuite à un second dosage.

L'addition des deux résultats donnera le chiffre réel d'allylsénevol susceptible de se former dans l'échantillon. Toutefois, la qualité réelle de l'échantillon devra être considérée comme très amoindrie et il conviendra d'indiquer, dans le procès-verbal d'essai, les deux chiffres trouvés avant et après addition de *Sinapis alba*.

B.6.3 Le pouvoir diastatique des graines est exacerbé à certaines périodes de l'année (printemps en particulier), aussi n'obtient-on pas toujours des résultats identiques avec un même lot de graines, suivant la saison pendant laquelle l'analyse a lieu.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1237:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/986941e3-09ac-44ea-a818-5f798ed151b27/iso-1237-1981>

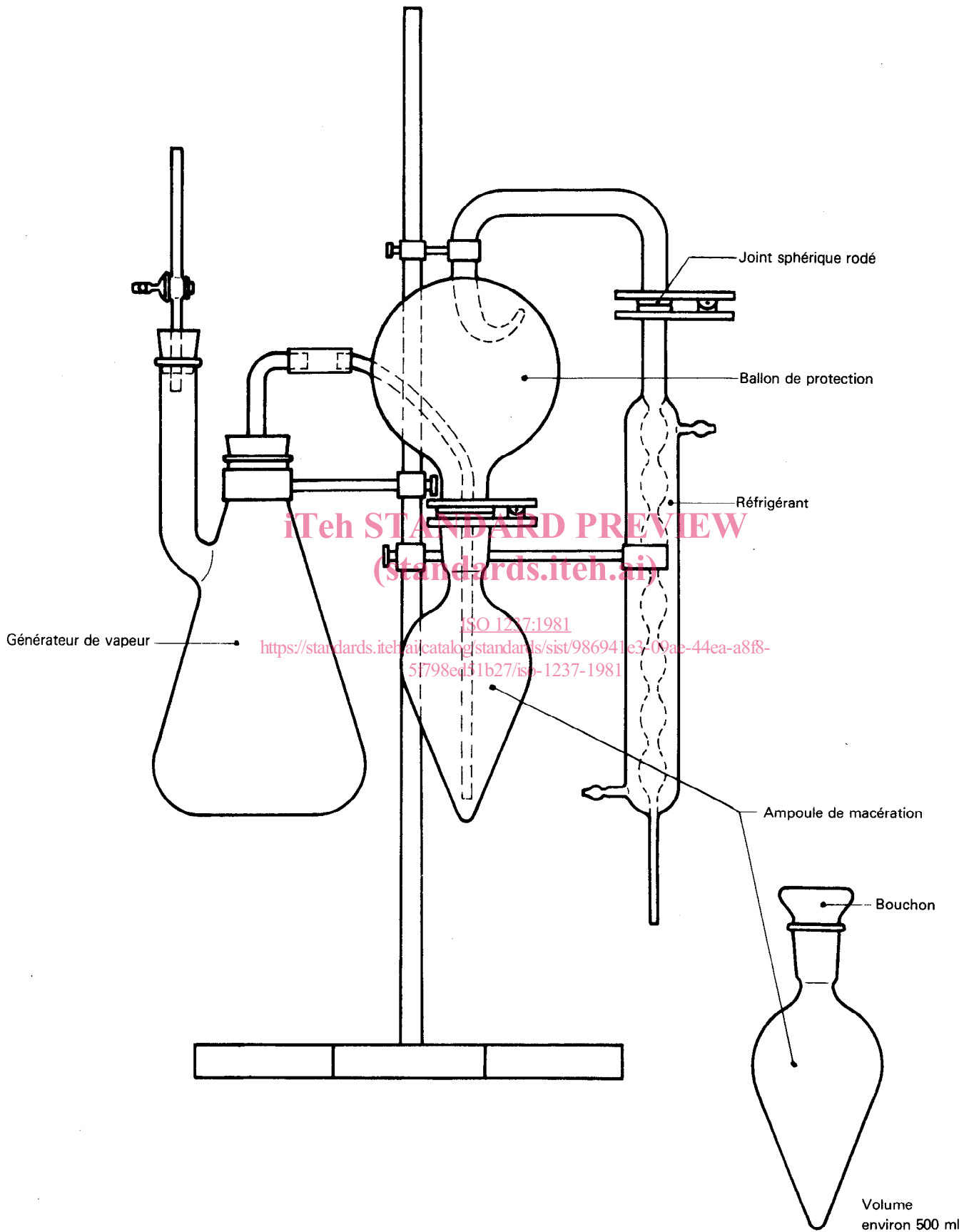


Figure — Appareil de distillation à entraînement par la vapeur

Annexe C

Dosage de l'isothiocyanate de *p*-hydroxybenzyle (Méthode colorimétrique)

C.1 Principe

Dédoublage, par hydrolyse enzymatique, de la sinalbine (glucoside de la *Sinapis alba*) en glucose, sulfate acide de sinapine et isothiocyanate de *p*-hydroxybenzyle, ce dernier donnant de l'alcool *p*-hydroxybenzyle et du thiocyanate. Dosage par colorimétrie du thiocyanate ainsi formé.

C.2 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

C.2.1 Carbonate de calcium, pulvérisé.

C.2.2 Chlorure de mercure(II), solution à 50 g/l.

C.2.3 Hexacyanoferrate(II) de potassium, solution à 106 g/l.

C.2.4 Acétate de zinc, solution.

Dissoudre 21,9 g d'acétate de zinc [(CH₃COO)₂Zn] dans de l'eau, ajouter 3 ml d'acide acétique cristallisable (CH₃COOH) et compléter à 100 ml avec de l'eau.

C.2.5 Acide nitrique, solution à environ 1 mol/l.

C.2.6 Hydroxyde de sodium, solution à environ 1 mol/l.

C.2.7 Alun de fer(III) et d'ammonium, solution à 200 g/l dans une solution d'acide sulfurique à environ 0,5 mol/l.

C.2.8 Thiocyanate de potassium ou d'ammonium, solution titrée, $c(\text{KSCN})$ ou $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$, c'est-à-dire contenant 5,808 g de SCN⁻ par litre.

C.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

C.3.1 Broyeur.

C.3.2 Fioles jaugées à un trait, de 50, 250 et 1 000 ml de capacités, conformes aux spécifications de l'ISO 1042, classe A.

C.3.3 Pipettes, permettant de délivrer 2 et 5 ml, conformes aux spécifications de l'ISO 648, classe A, ou de l'ISO/R 835.

C.3.4 Colorimètre, permettant d'effectuer des mesurages à une longueur d'onde de 450 nm.

C.3.5 Balance analytique.

C.4 Mode opératoire

C.4.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Rendre l'échantillon bien homogène, prélever 20 à 25 g de graines de moutarde et les broyer (voir ISO 2825).

C.4.2 Prise d'essai

Prélever environ 5 g d'échantillon moulu et les peser à 0,001 g près.

C.4.3 Hydrolyse

Introduire la prise d'essai dans un bécher de 250 ml.

Ajouter 100 ml d'eau chauffée à $70 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ et un minimum de 100 mg de carbonate de calcium (C.2.1). Recouvrir le bécher avec un verre de montre. Laisser la macération se poursuivre durant 15 min à $70 \text{ }^\circ\text{C}$, refroidir, ajouter 20 ml de solution d'hydroxyde de sodium (C.2.6) et laisser en contact durant 15 min.

C.4.4 Défécation

Ajouter une quantité de la solution d'acide nitrique (C.2.5) suffisante pour amener le contenu du bécher à un pH d'environ 6,0 à 6,5. Verser le contenu du bécher dans une fiole jaugée de 250 ml, puis ajouter, successivement et en agitant, 2 ml de la solution d'hexacyanoferrate(II) de potassium (C.2.3) et 2 ml de la solution d'acétate de zinc (C.2.4).

Compléter au trait repère avec de l'eau et ajouter, à l'aide d'une pipette (C.3.3), 2 ml d'eau (afin de tenir compte du volume du précipité). Agiter et filtrer sur un filtre à filtration rapide, en opérant à l'abri de la lumière vive. Le filtrat (F) doit être limpide et incolore.

C.4.5 Détermination

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire

- 5 ml du filtrat (F),
- 5 ml de la solution d'alun de fer(III) et d'ammonium (C.2.7).

Compléter au trait repère avec de l'eau, agiter et mesurer l'absorbance à l'aide du colorimètre (C.3.4) réglé à une longueur d'onde de 450 nm.